

## 论文一

# 我国粉体粒度测试技术现状

## 内 容 简 介

本文是应“第六届全国粉体制备与处理学术会议”的邀请而作的。主要介绍我国粉体粒度测试技术的发展现状，使读者对我国粉体测试技术的总体水平和存在的问题有一个轮廓性的了解。

本文分五个部分：第一部分 粒度测试的基础性问题。叙述了粒径的各种定义，粒度测量的准确性的提法和用“真实性”描述粒度测量结果可靠性的建议，粒度测试报告的格式和应包含的内容，微粒标准样品的作用和研制)状况，粒度仪性能的评价体系，建立我国粒度仪国家标准的必要性。第二部分 颗粒测试技术的研究和仪器制造。分为“测试理论的研究”和“仪器制造”两部分。概述了我国在现代粒度测试技术的理论研究方面的历史和成绩，仪器制造单位和仪器种类。第三部分 仪器的使用。提出可靠的测量不仅要有好的仪器，还要操作者正确地使用仪器，指出我国用户在仪器使用上还存在的问题。第四部分 与国外技术的比较。从理论研究、仪器制造的规范化、仪器的品种和附件、创新能力、样品测试、制造商的规模等方面比较了国内国外的情况。第五部分作为全文的总结，提出了进一步发展我国粒度测试技术应该做的几件事。

# 我国粉体粒度测试技术现状

张福根

(珠海欧美克仪器有限公司 广东 珠海)

现在,我们可以越来越清楚地看到,粉体工业将成为21世纪最重要的基础产业之一。粉体的粒度测量是粉体研究和生产的重要辅助手段。我国在测试仪器的研究开发和应用方面已经做了大量的工作,为该项技术的进一步发展奠定了初步的基础。粉体的研究、制造与应用单位对粒度测量也越来越重视。然而,同先进国家相比,同国内粉体制造业的兴盛状况相比,我国对粒度测量技术的重视是不够的。表现在:(1)粒度测试知识不够普及,很多测试者不知道所测结果的可靠性有多大?不同测试结果之间如何比较?如何去评价仪器的优劣?(2)国产的粒度测试仪器没有形成统一、科学的技术规范(标准),致使各种仪器的技术性能良莠不齐,亦不清楚改进的方向,影响了我国仪器整体水平的提高,造成了仪器市场的混乱,也必然地损害了仪器用户的利益:(3)部分进口仪器的供应商为用户提供的服务不够到位,以致有些以高昂的价格购进的仪器不能充分发挥作用,甚至一直在误用(多数情况下用户还不自知)。本文将对我国的粒度测试现状作一概述,并提出若干建议,以期引起粉体业界对颗粒测试技术的进一步重视,促进我国粉体测试技术和行业整体水平的提高。由于作者长期在企业工作,因此内容偏重于实际应用,对纯学术的内容不做全面阐述。

## 1. 粒度测试的基础性问题

粉体粒度测试的兴起和普及,总的来说时间还不长,在我国尤其如此。加上许多粒度测量手段的间接性、原理的复杂性和抽象性,有不少相关的基本问题,如粒径的概念、粒度测试结果的表述、仪器性能的评价体系等,还有待于研究、

阐明和宣传普及。这些工作一方面关系到我国仪器研究水平的提高和制造工艺的规范,另一方面也影响到仪器使用水平和测试者鉴别能力的提高。因此是值得粉体业界高度关注的问题。

### 1.1 粒径的一般定义

这是粒度测量中最基本、最常遇到而许多人没有真正明白但又非常有必要明白的问题。

顾名思义,粒径就是指颗粒的直径,或颗粒的大小。作为通常的物理量,直径或大小的概念是非常简单且众所周知的。然而,粒径这一物理量却有其特殊性。因为实际颗粒大多是不规则的,即便是同一粉末样品,颗粒的大小、形状也各不相同。当我们在现实测量中不得不用一个参数去描述某颗粒的大小时,这一参数(即粒径)往往并不对应于该颗粒的某一现实的几何参数(颗粒呈圆球形情况除外)。因此,粒径的概念是抽象的。定义和测量的方法不同,其数值也不同,因此它还是复杂的、不确定的。所以不容易被理解。

国内已有多部专著<sup>[1,2,3]</sup>介绍了粒径的定义,并给出几种定义公式,如球当量径(如电阻法(库尔特)颗粒计数器)、投影圆当量径(可通过图像处理仪测得)、筛分径(通过标准筛测得)。这些定义理论上严谨,物理意义也容易理解。可是当前比较流行的几种粒度仪(如激光粒度仪、沉降仪)给出粒径与这些定义并不相符。在激光粒度仪中,粒径是指散射光能等效粒径。对非球形颗粒,一个颗粒不是对应于一个粒径,而是一组粒径(按一定频度)相组合<sup>[4]</sup>。通过简单的实验就可知道,沉降(Stokes)粒径也是这样。根据目前颗粒测试的技术水平和实际的测试需要,作者认为这样定

义粒径是比较实用且不失一般性的<sup>[5]</sup>：当被测颗粒的某种物理特性与某一(组)同质球体的该特性最相近时，就把该(组)球体的直径作为被测颗粒的粒径(分布)。这一定义包含以下几层意思：(1) 一个任意形状的颗粒的粒径，是通过与同一材料构成的球形颗粒相比较得出的；(2) 不同的测量原理选取了它们不同的物理特性作为比较的参考量，如沉降仪选择了沉降速度，激光粒度仪选择了散射光场，筛分法选择了通过筛孔；(3) 将二者的特性相比较时，有时只求最为相近，有时则可做到完全相等(可视为相近的特例)；(4) 一个颗粒的粒径，有时对应于一个等效球体，有时则对应于一组球体，视测量原理而定。

## 1.2 粒度测量的准确性和真实性

大凡测量，都有准确性问题，它反映了测量值相对真值的偏差。然而，在粒度测量中，如果颗粒形状是非球形的(现实情况大多如此)，那么，颗粒就不存在真实粒径，即被测对象没有真值，因此测量也就没有准确性可言。目前，这一观点在学术界已被普遍接受。但是，广大的粉体生产和应用单位还没有完全理解，有待于进一步宣传。

虽然说粒度测量不能谈论准确性，但是并不意味着测量值可以随意乱给。作者提出了粒度测量的真实性的概念<sup>[6]</sup>。一个真实的测量至少应满足以下条件：

- (1) 当颗粒是球形时，测量值与标称值相一致(在合理的误差范围之内)；
- (2) 样品分散良好；
- (3) 数学模型正确，测试条件恰当；
- (4) 测量结果在合理的偏差范围之内。

## 1.3 粒度测试报告

粒度测试报告是指以某种固定格式给出的粒度测试结果。它除了要给出测量得到的详尽的粒

度信息以外，还应包括仪器原理、型号、数学模型等系统信息和悬浮介质、分散剂、样品浓度等测试条件信息。

到目前为止，粒度测试报告还没有统一的内容和格式，国内外皆如此。这种状况阻碍了测试报告的阅读者正确理解报告内容、判断测试的可靠性，不便于粒度测试结果的交流和对比。例如，用激光粒度仪测量粉体粒度时，样品浓度(遮光比)应保持在合适的范围内，过低会造成信噪比下降，重复性变差；过高则导致复散射，测不到真实结果。国内有的粒度仪供应商为获得高信噪比，把样品浓度调得很高，但结果失去了真实性，在测试报告中，就不给或不明确给出浓度数据。

粒度测试报告的图示部分已经有国际标准<sup>[7]</sup>，其余部分的标准尚未见到。不过，根据先有国家标准，后有国际标准的规律，我国可以先建立自己的报告格式标准。

## 1.4 标准颗粒样品

标准颗粒样品是指在一定范围内有公认的粒度分布数值的粉末样品。它可以用来检验粒度仪的准确性(真实性)、复性和稳定性，是规范和检验仪器技术性能的重要材料。

如果是作为所有原理仪器的标准样品，颗粒应该是圆球形的，粒度分布要通过绝对方法(如光学或电子显微镜)测得。对于圆球形颗粒，理论上说所有仪器都应有同样的测试结果。如果是作为某一特定原理的仪器的标准样品，颗粒也可以是非球形的，其粒度分布通过众多同原理仪器的环比测量获得。

国家标准物质中心提供单分散的标准微球系列，可以用来检验各种仪器某些粒径点的准确性，也可作为颗粒计数式粒度仪(如颗粒图像仪，库尔特计数器等)的标准样；但作为群体式粒度仪(如激光粒度仪、沉降仪)的标样则不十分合适，因为这类仪器有时能测好某些粒径点，但未必能

测好粒度分布。另外，该系列微球最小颗粒是2mm，检验不到亚微米范围。

上海测试技术研究所开发了一种宽分布的微球样品，其原意是用在沉降仪上的。从作者的使用经验看，该样品的球形度不是太理想。

因此，研制适合于各种粒度仪的标准样品，是我国颗粒测试技术进一步发展的关键之一。

### 1.5 粒度仪器的评价指标

客观、科学地评价粒度仪的性能，既是广大粒度仪用户的迫切需要，更是粒度仪制造商的内在要求。试想制造商连自己都不知道如何评价仪器的好坏，怎能制造出好的仪器来呢？由于颗粒测量本身的复杂性，要制定出通用的评价方法的确是困难的。据作者所知，到目前为止，国内国外还没有公认的评价方法，作者在文献[6]中作过一些尝试。

### 1.6 粒度仪器的国家标准

为了统一粒度仪的技术指标体系，使各种不同仪器的测量结果之间具有可比性，也为了规范粒度仪市场，保护粒度仪用户的利益，促进我国颗粒测试技术整体水平的提高，建立我国自己的粒度仪标准是非常必要的。目前激光粒度仪已有ISO指导性标准，粒度测量报告的“粒度分布曲线”也有了国际标准<sup>[7]</sup>，日本有用于陶瓷行业的激光粒度仪国家标准<sup>[8]</sup>。目前我国的粒度仪年销量约为200~300台，且需求在急剧增长，此时建立我国的粒度仪标准，不仅有利于粒度仪制造行业的健康发展，还有助于提高我粉体行业的整体水平。

值得引起粒度仪用户注意的是，国内有的粒度仪制造商在广告中宣称，他们的仪器符合国家X X标准，这是出于商业目的的误导。前文已经说明，目前，我国尚无粒度仪的国家标准，他们所说的X X标准实际是前文提到的标准微粒。标准微粒在特定场合可以成为粒度仪产品标准中的

标准样品之一，但绝不是粒度仪标准。

## 2. 颗粒测试技术研究和仪器制造

### 2.1 测试技术(理论)的研究

近20年来，我国在颗粒测试方面作了大量的研究工作，发表的论文超过200篇。就内容来说，大体可以分成4类：一是关于各种仪器(主要是进口仪器)的使用体会<sup>[9]</sup>；二是跟踪性的，为仿造国外某种新型仪器而进行的铺垫性研究<sup>[10]</sup>；三是为了提高仪器性能或为了探索一种新的粒度测量原理而进行的创造性研究<sup>[11]</sup>；四是纯理论的探索<sup>[12]</sup>。第一类研究工作主要出现在80年代初，进入90年代后逐渐减少。虽然从工作的创造性(此乃研究的最终目的)来衡量，其意义不如后两者，但是当时仪器的使用者对仪器的原理、结构、操作能了解得这么深，那份钻研精神和负责态度很值得称赞和学习。我国自行生产的各种现代粒度仪，都是在仿造国外仪器的基础上发展起来的。第二类工作主要为此而进行，是必不可少的工作，主要围绕激光粒度仪。第三类工作是为求得技术上的某种突破而进行的，最具创造性。至少从理论上说，第三类工作是我国在颗粒测试技术上真正赶上和超过世界先进水平的的基础。

天津大学是国内开展粒度仪研究并取得成果最早的单位<sup>[13]</sup>。按研究范围和研究深度计，上海机械学院做的工作最多，涉及的领域也最广泛，内容包括衍射/散射式激光粒度仪<sup>[14]</sup>、动态光散射粒度仪<sup>[15]</sup>、多波长消光法粒度仪<sup>[16]</sup>、激光粒度仪的应用研究<sup>[17]</sup>等等。

就整体能力而言，我国已经具备研究和制造具有国际先进水平的粒度仪的能力。问题在于不能有效整合已有的理论研究、产品开发、生产、测试操作研究和市场营销力量。各个仪器研究和制造单位都比较小。有的单位营销做得比较好，

但全无理论研究能力。对于象激光粒度仪这样的理论上比较深奥的仪器，没有相当强的理论研究能力是不可能做好，更不可能赶超世界先进水平的。反之，有的理论工作做得比较好的单位，在产品开发、样品测量或营销上则能力有限。在市场经济条件下，没有可靠的收入来源和用户需求的刺激，就不可能搞出高水平的粒度仪器。

相对来说，作者所在单位在仪器制造和理论研究方面的综合能力是比较强的。作为一家粒度仪生产企业，不仅开发出多种原理和型号的粒度仪，还做了不少相关的理论探索，例如，发现了测量大颗粒时使用衍射理论的误差<sup>[11]</sup>，研究了棒状和片状颗粒的激光散射等效粒径<sup>[4]</sup>等等。特别值得指出的是，文献[11]从实验和理论两个方面证明了用激光粒度仪测量大颗粒时，也应该用Mie理论的结论，打破了测量大颗粒可以用衍射理论的传统看法，成功地解释了为什么有的（使用Fraunhoff理论的）激光粒度仪测量大颗粒时会在1mm附近多出一个峰来。这些工作对于提高仪器性能起了很好的指导作用。可是由于综合实力有限，一直想进行的动态光散射粒度仪和Zeta电势测量仪等的开发工作则一直没有做起来。与国外较大的颗粒仪器制造商相比，实力仍有较大差距。

## 2.2 仪器制造

目前我国能自行生产的现代粒度仪有：激光粒度仪、各种(重力、光透、离心)沉降仪、电阻法(库尔特)颗粒计数器、颗粒图像处理仪等，测量范围从0.05mm~1200mm。

国内能自行生产并销售粒度仪，且有一定影响的单位有(由北到南排列)：

- (1) 丹东仪表研究所：沉降仪，激光粒度分析仪；
- (2) 丹东百特测试设备服务中心：沉降仪，激光粒度分析仪；
- (3) 天津大学：激光滴谱仪(专用于测量液体雾滴

的激光粒度仪)；

- (4) 山东建材学院：激光粒度仪；
- (5) 成都轻工业研究设计院：激光粒度仪；
- (6) 南京化工学院：沉降仪；
- (7) 上海机械学院：激光粒度仪；
- (8) 珠海欧美克仪器公司：激光粒度仪，颗粒图像处理仪，库尔特计数器，沉降仪。

在中国销售的外国粒度仪有：激光粒度仪、各种(重力、光透、离心)沉降仪、电阻法(库尔特)颗粒计数器、动态光散射粒度仪、Zeta电势测量仪等。

动态光散射粒度仪测量范围约为0.003~3mm。随着纳米技术的发展，国内对该仪器的需求将急剧增长，但我国还不能自行生产。

## 3. 仪器的使用

粉体的粒度测试正越来越受粉体研究和制造单位的重视。但是能否测好样品，除了仪器本身的技术性能以外，还同使用者的素质、专业知识、经验和责任心密切相关。因此，我们认为，测试者的使用水平是我国粒度测试技术整体水平的重要组成部分。目前，不少测试者只限于按操作步骤完成整个过程，得出结果。对于结果是否可靠？两种测量结果为何不同？有哪些因素影响测量？这样使用仪器是否合理？怎样能用得更好？等等问题很少去想，或者干脆就不知道还有这些问题。这使现有仪器设备的使用效能大打折扣，应引起整个粉体行业的重视。

## 4. 与国外技术的比较

总体而言，中国的粒度测试水平与先进国家相比，还有不少的差距。具体表现在以下几个方面：(1)在测量技术的基础研究上，不论是深度还是广度，都明显超过国内<sup>[18]</sup>。不过这是全世界的

共同财富，国内有关单位也可以利用，遗憾的是目前国内知道去利用、并有(外语、数理)基础去利用的粒度仪制造和使用单位还很少；(2)在生产的规范化上，国际上至少已经有了激光粒度仪的指引性标准；而我国还没有标准，国内许多单位甚至不知道已经有了这个国际标准；(3)粒度仪器的种类、完善程度、附件品种等等都明显地胜过我国；(4)在创新能力上，我国显得信心不足；(5)在样品测试上，国内没有开展有组织的系统研究；(6)在生产规模上，国外大公司(相对本行业而言)每年能销售 3000 台，小公司每年也能销100台以上，我国没有一家单位年销售量能超过50台的(按1999年的资料)。

就某种具体仪器或某种仪器的某项技术而言，我国也有超过国外的。例如国产的激光粒度仪，性能价格比就远远超过国外；欧美克公司的折叠式光路就先于外国同行用到仪器上，该公司的大角散射光探测技术(已取得国家专利)很有创造性和实用价值等。

## 5. 总结 —— 我国的颗粒测度技术正处在关键时期

我国的颗粒测试技术现在已经积累起相当的基础。在亚微米以上范围，本国仪器基本可以满足测试要求，并且已有部分仪器出口发达国家。在市场经济条件下，技术进步的关键有二：一是技术开发能力；二是市场需求的拉动。我国在改革开放后的20年里，颗粒技术取得了长足的进步，证明我们的技术能力是不容置疑的。当前，我国的粉体工业正处在蓬勃发展时期，对粒度仪器的需求急剧增长。发达国家市场（远远大于国内市场）也正在逐步打开。由于我国科技人员具备良好的技术素质和相对低廉的人工成本，在国际市场的背景下，我国完全有可能成为仪器生产的大国和强国。对颗粒仪器而言，未来 3 年将是关键

时期。我们应做好如下几件事：

(1) 通过自愿的优化组合或市场的优胜劣汰，组建资金实力、研究开发、市场营销（国内外）、生产组织等方面均居相当水平的粒度仪生产企业；

(2) 尽快建立各种粒度仪的国家标准和配套的标准样品，规范仪器技术性能指标；

(3) 积极走向国际市场；

(4) 澄清和宣传粒度测量的基本知识，提高用户认识仪器和使用仪器的水平；

(5) 积极开展国际技术交流，密切注意国外的需求动向和技术发展。

## 参考文献

- [1] 胡荣泽. 粉末颗粒和孔隙的测量[M]. 北京: 冶金工业出版社, 1982.
- [2] 卢寿慈. 粉体加工技术[M]. 北京: 中国轻工业出版社, 1999.
- [3] 盖国胜. 超细粉碎分级技术[M]. 北京: 中国轻工业出版社, 2000.
- [4] 张福根, 程路. 棒状和片状颗粒在激光粒度仪中的等效粒径(二) —— 有关结论[A]. 中国颗粒学会首届年会论文集[C]. 北京, 1997. 273.
- [5] 张福根, 等. 粒径测量及用于磨料的各种颗粒仪器[J], 中国粉体技术, 2000, 6(1): 26-29.
- [6] 张福根, 荣跃龙. 粒度仪性能评价方法探讨[Z], 2000.
- [7] Representation of results of particle size analysis Part I: Graphical representation, International Standard, ISO 9276-1, First edition, 1990-11-15.
- [8] Determination of particle size distributions for fine ceramic raw powders by laser diffraction method, JISR 1629-1997.
- [9] 李执铨, 等. 静电分散技术在激光粒度分析仪中的应用 [J]. 静电, 1990, 5(3).
- [10] 顾冠亮, 王乃宁. 有关光散射物理量的数值计算[J], 上海机械学院学报, 1984, 6(4).
- [11] 张福根, 等. 用激光散射法测量大颗粒时使用衍射理论的误差[J]. 粉体技术, 1996, 2(1).
- [12] 胡荣泽, 等. 用激光衍射法测量超细颗粒团聚结构的分维 [J], 粉体技术, 1994, 1(1).
- [13] 毛义. 微小粒子尺寸分布测量理论与仪器的研究[D]. 天津大学, 1987.
- [14] 王乃宁, 虞先煌. 基于米氏散射和夫朗和费衍射的FAM激光粒度仪[J]. 粉体技术, 1996, 2(1).
- [15] 周俊虎. PCS超细颗粒测量技术的理论及其应用研究[D]. 上海机械学院.
- [16] 郑刚, 等. 一种新颖的颗粒粒度分析仪 —— 消光法测粒仪 [J]. 中国仪器仪表学报, 1995, 16(3).
- [17] 虞先煌, 等. 激光测粒技术在气雾剂产品测试中的应用[J]. 日用化学工业, 1994, (2).
- [18] Michel B. Statistical method to calculate extinction by small irregularly shaped particles[J]. J Opt Soc Am A, 1995, 12(1)